

Halide

DIALOG(R) File 351:DERWENT WPI  
(c)1996 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

004182501 WPI Acc No: 85-009381/02

XRAM Acc No: C85-004017

XRPX Acc No: N85-006608

Optical fibre preform prodn. by forming core forming preform contg. high melting oxide as dopant and forming inner and outer clad porous preforms

Index Terms: OPTICAL FIBRE PREFORM PRODUCE; FORMING CORE FORMING PREFORM CONTAIN HIGH MELT OXIDE DOPE FORMING INNER OUTER CLAD POROUS PREFORM

Patent Assignee: (FUJD ) FUJIKURA CABLE WORKS KK

Number of Patents: 001

Patent Family:

CC Number	Kind	Date	Week
JP 59207845	041126	8502	(Basic)

Reference 8

Priority Data (CC No Date): JP 8381483 (830510)

Abstract (Basic): JP 59207845

Method comprises forming a core-forming porous preform contg. high melting oxide e.g. Al2O3, ZrO2 etc. as dopant, by the vapour axial deposition process, forming an inner clad-forming porous preform by use of fluoride e.g. CF4, SF6 etc. as dopant by plasma jet vapour phase chemical reaction, forming an outer clad-forming porous preform only composed of SiO2 and subsequently heating at high temp. (1,600-1,700 deg. C) for vitrifying.

USE/ADVANTAGE - For prodn. of single mode optical fibre having depressed clad structure. The dopants contained in the core-forming preform and/or clad-forming preform are not reacted with other glass components (SiO2) or vapourised-off even in exposure to high temp. atmos. such as dewatering or vitrification. @ (5pp Dwg. No. 0/4) @

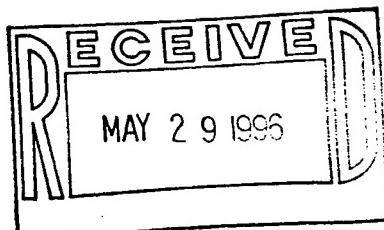
File Segment: CPI

Derwent Class: L01: P81;

Int Pat Class: C03B-020/00; C03B-037/00; G02B-005/14

Manual Codes (CPI/A-N): L01-F03; L01-L05

Derwent Registry Numbers: 1694-U



[Ref. 8]

[32]

A process for producing an optical fiber matrix, comprising the steps of, with a VAD technique:

i) forming a porous preform, which serves as a core, from silicon oxide having been doped with a high-melting temperature oxide, such as aluminum oxide or zirconium oxide,

ii) forming a porous preform, which serves as an inner portion of a cladding, from fluorine-doped silicon oxide by utilizing a plasma jet,

iii) forming a porous preform, which serves as an outer portion of the cladding, from silicon oxide, and

iv) carrying out vitrification into a transparent glass.

[33]

This invention relates to a process for producing an optical fiber matrix, which is suitable for obtaining, in particular, a single-mode optical fiber having a depressed cladding structure.

[34]

In view of the above circumstances, the object of the present invention is to provide a process for producing an optical fiber matrix, with which a long single-mode optical fiber having a depressed cladding structure with an ideal refractive index distribution can be obtained. The

r.11

present invention is characterized by specifying the dopants in porous preforms, which respectively serve as the core and the cladding, and utilizing a plasma jet for the formation of a porous preform, which serves as the inner portion of the cladding.

[35]

The first burner 1 is an oxyhydrogen flame burner having a multiple pipe structure. Glass raw material gases, such as an  $\text{SiCl}_4$  gas, an  $\text{AlCl}_3$  gas, and a  $\text{ZrCl}_4$  gas, an  $\text{H}_2$  gas, an  $\text{O}_2$  gas, an Ar gas, and the like, are fed independently to the first burner 1. The glass raw material gases are subjected to a gas-phase chemical reaction, such as a thermal hydrolysis reaction or a thermal oxidation reaction, in the flame and yield fine glass particles of  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$ , and the like. The fine glass particles are deposited on an end of a rod-like substrate 2, which is rotated and moved up. In this manner, a porous glass preform 3 serving as the core is formed.

In such cases, it is important that a high-melting temperature oxide, such as  $\text{Al}_2\text{O}_3$  or  $\text{ZrO}_2$ , which has a melting temperature higher than that of  $\text{SiO}_2$ , is used as the dopant for enhancing the refractive index.  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$ , or the like, has a melting temperature of as high as, for example, at least  $1,600^\circ\text{C}$ . Even if such a dopant is heated during dehydration with a chlorine ( $\text{Cl}_2$ ) gas or vitrification into a transparent glass in post-treatment, it will not react with the other glass constituents and will

not volatilize. Also, during the formation of the porous preform serving as the cladding, such a dopant do not react with  $\text{SiO}_2$  of the fine glass particles. Therefore, in cases where the high-melting temperature oxide, such as  $\text{Al}_2\text{O}_3$  or  $\text{ZrO}_2$ , is used as the dopant, the refractive index distribution of the outer portion of the preform serving as the core does not become unsharp, and a refractive index distribution having an ideal step-like pattern can be obtained.

On the other hand, if popular  $\text{GeO}_2$  is used as the dopant, since the melting temperature of  $\text{GeO}_2$  is as low as  $1,100^\circ\text{C}$ , it will undergo a reaction or will be volatilized and, as a result, the refractive index distribution will become unsharp.

[36]

A plasma forming gas, such as an Ar gas, an  $\text{N}_2$  gas, or  $\text{H}_2$  gas, is fed under pressure from the base portion of a burner body 4a into the burner body 4a. A plasma jet is thereby delivered from a nozzle of the burner 4. At the same time, a gas of a glass raw material, such as  $\text{SiCl}_4$ , an  $\text{O}_2$  gas, an Ar gas, and a fluoride gas are fed into the burner body 4a. The fluoride gas is constituted of a fluoride of a nonmetal element, such as  $\text{BF}_3$ ,  $\text{CF}_4$ ,  $\text{SiF}_4$ ,  $\text{PF}_4$ ,  $\text{AsF}_4$ , or  $\text{SF}_6$ , which is in the gas state at a temperature in the vicinity of room temperature. Particularly,  $\text{CF}_4$  and  $\text{SF}_6$  are preferable. The aforesaid gases having been fed into the burner 4 are subjected to a gas-phase chemical reaction

in the plasma and form fine glass particles having an Si-F bond. The thus formed fine glass particles are deposited on the porous preform 3 serving as the core and thus form a porous preform 5, which constitutes the inner portion of the cladding. At this time, the plasma jet having a very high temperature of 10,000 to 20,000°K is delivered from the burner 4. Therefore, the burner 4 is located at a position spaced a sufficient distance apart from the previously formed porous preform 3 serving as the core, such that the fine glass particles having been cooled to a temperature of approximately 1,200 to 1,500°C may be deposited.

The plasma torch is used as the second burner 4. This is because the plasma has a very high temperature of 10,000 to 20,000°K as described above, and therefore Si and F react with each other to form the fine glass particles having the Si-F bond. With an ordinary oxyhydrogen flame burner, the temperature of the flame is approximately 2,480°C, and therefore the Si-F bond does not occur, and F decomposed from the fluoride gas merely adhere to  $\text{SiO}_2$ . When a porous preform constituted of a deposit of such fine glass particles is dehydrated or vitrified into a transparent glass, F will be volatilized in the high-temperature atmosphere, and the refractive index cannot be reduced sufficiently. Also, in such cases, the refractive index will vary between the outer portion and the inner portion, and a flat step-like pattern cannot be obtained. On the other hand, in the porous preform constituted of a deposit of the fine glass particles having the Si-F bond, Si

and F are bonded firmly. Therefore, with the porous preform constituted of a deposit of the fine glass particles having the Si-F bond, F is not volatilized during the dehydration or the vitrification into a transparent glass, and a glass matrix having little change in the refractive index can be obtained after such post-treatment.

In the manner described above, the porous preform 5 serving as the inner portion of the cladding is formed with the second burner 4. Thereafter, a third burner 6, which is located above the second burner 4, is activated, and a porous preform 7 serving as the outer portion of the cladding is formed. The third burner 6 is an oxyhydrogen flame burner having a multiple pipe structure. An  $\text{SiCl}_4$  gas, an  $\text{H}_2$  gas, an  $\text{O}_2$  gas, an Ar gas, and the like, are fed into the third burner 6, and fine glass particles constituted of only  $\text{SiO}_2$  are formed in the flame. The fine glass particles are deposited on the previously formed porous preform 5 serving as the inner portion of the cladding and thereby constitute the porous preform 7, which serves as the outer portion of the cladding.

The porous preform having the three-layer structure, which has thus been obtained, is subjected to dehydration treatment with a chlorine gas if necessary and is then heated for vitrification into a transparent glass. An optical fiber matrix is thereby obtained.

19 日本国特許庁 (JP)  
12 公開特許公報 (A)

特許出願公開

昭59-207845

④公開 昭和59年(1984)11月26日

51 Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 03 B 37/00  
20/00  
G 02 B 5/14

識別記号

厅内整理番号  
6602-4G  
7344-4G  
L 7370-2H

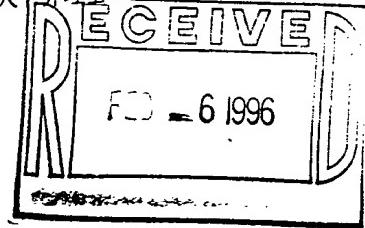
発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 5 頁)

54 光ファイバ母材の製法

21特 願 昭58-81483  
22出 願 昭58(1983)5月10日  
23發明者 塩田孝夫  
佐倉市六崎1440番地藤倉電線株  
式会社佐倉工場内  
24發明者 真田和夫  
佐倉市六崎1440番地藤倉電線株

式会社佐倉工場内  
25發明者 宮本末広  
佐倉市六崎1440番地藤倉電線株  
式会社佐倉工場内  
26發明人 藤倉電線株式会社  
東京都江東区木場1丁目5番1  
号  
27代理人 弁理士 志賀正武



明細書

1. 発明の名称

光ファイバ母材の製法

2. 特許請求の範囲

VAD 法により、

コアとなる多孔質プリフォームを酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム等の高融点酸化物をドーピした酸化ケイ素で形成し、

クラッドの内側部分となる多孔質プリフォームをプラズマジェットを利用してフッ素をドープした酸化ケイ素で形成し、

クラッドの外側部分となる多孔質プリフォームを酸化ケイ素で形成し、ついで透明ガラス化することを特徴とする光ファイバ母材の製法。

3. 発明の詳細な説明

この発明は、特にディプレストクラッド構造のシングルモード光ファイバを指すに好適な光ファイバ母材の製法に関する。

シングルモード光ファイバの伝送特性を一層向

上させたものに、第1図に示すような屈折率分布を持つディプレストクラッド構造のシングルモード光ファイバが提案されている。このディプレストクラッド構造のシングルモード光ファイバは、第1図からも明らかのように、クラッドの屈折率がその半径方向にステップ状に変化し、コアに近い部分の屈折率が低く、コアから遠い部分の屈折率が高くなっている。このような屈折率分布を有するディプレストクラッド構造のシングルモード光ファイバは、伝送損失が小さく、帯域特性が優れているという特長を持つている。

従来、このようなディプレストクラッド構造のシングルモード光ファイバはCVD 法によつて製造されていた。CVD 法によれば、屈折率分布の調節が精密に行えるので、第1図に示すようなキレイの良い屈折率分布を示すものが得られるものの光ファイバ母材の大きさが制限され、長尺光ファイバを得ることは不可能である。

一方、VAD 法は光ファイバ母材の大きさに制限を受けず、長尺の光ファイバを得ることができ

るが、このVAD法を利用してダイプレストクラッド構造のシングルモード光ファイバを製造すると、例えば第2図に示すように屈折率分布がダレて、完全なステップ状の屈折率分布を持つものを得ることが不可能である。これは、クラッドとなる多孔質プリフォームを形成する際、先に形成されたコアとなる多孔質プリフォーム中の酸化ガルマニウムなどのドーパントの一部が揮散してクラッドとなるガラス微粒子と反応したり、脱水、透明ガラス化の際に加熱によって反応もしくは揮散したりするためである。

この発明は、上記事情に鑑みてなされたもので、理想的な屈折率分布を有するダイプレストクラッド構造のシングルモード光ファイバの長尺化を得ることのできる光ファイバ母材の製法を提供することを目的とするもので、コアおよびクラッドとなる多孔質プリフォームのドーパントを軽減し、かつクラッドの内側部分となる多孔質プリフォームの形成にプラズマジェットを利用することを特徴とするものである。

ガラス化の際に加熱によつても、他のガラス成分と反応したり、あるいは揮散したりすることがない。また、次のクラッドとなる多孔質プリフォームの形成の際にも、そのガラス微粒子の $\text{SiO}_2$ と反応する事がない。したがつて、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{ZrO}_2$ などの高融点酸化物をドーパントとすることによつて、コアとなるプリフォームの外側部分の屈折率のダレがなく、理想的なステップ型の屈折率分布とすることができます。

これに対し、一般に多用される $\text{GeO}_2$ をドーパントとすると、 $\text{GeO}_2$ の融点は $1100^{\circ}\text{C}$ と低いため、上記後工程において $\text{GeO}_2$ が反応したり、揮散したりして、屈折率分布のダレたものしか得られない。

ついで、コアとなる多孔質ガラスプリフォーム3がある程度成長すると、第1のバーナ1の上方に設けられた第2のバーナ4が燃焼を開始する。この第2のバーナ4は、クラッドの内側部分の多孔質プリフォームを形成するもので、高周波プラズマトーカーとなつている。すなわち、バーナ4の

以下、図面を参照してこの説明を詳しく説明する。

第3図は、この発明の製法に好適に用いられる製造装置を示すもので、図中符号1はコアとなる多孔質プリフォームを形成するための第1のバーナである。この第1のバーナ1は、多段管構造の酸素炎バーナであつて、 $\text{SiC}\text{O}_4$ 、 $\text{AlC}\text{O}_3$ 、 $\text{ZrC}\text{O}_4$ ガスなどのガラス原料ガス、 $\text{H}_2$ ガス、 $\text{O}_2$ ガス、 $\text{Ar}$ ガスなどが別々に供給される。ガラス原料ガスは火炎中で熱加水分解反応、熱酸化反応等の気相化学反応を受けて、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{ZrO}_2$ などのガラス微粉末となり、回転しながら上方に移動する棒状基材2の先端に付着、堆積してコアとなる多孔質ガラスプリフォーム3が形成されてゆく。

ここで、屈折率を高めるドーパントに $\text{SiO}_2$ よりも高融点の $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{ZrO}_2$ などの高融点酸化物を使用することがポイントである。 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{ZrO}_2$ などはその融点が例えば $1600^{\circ}\text{C}$ 以上と高く後工程の塩素( $\text{Cl}_2$ )ガスによる脱水や透明

本体4aの外周には高周波コイル4bが巻回され、図示しない高周波電源に接続されて高周波電流が通電される。また、バーナ本体4aの基部からは本体4a内にプラズマ発生ガスとしての $\text{Ar}$ ガス、 $\text{N}_2$ ガス、 $\text{H}_2$ ガスなどが圧送され、これによつてプラズマジェットがバーナ4のノズルから放射される。これと同時に、バーナ本体4aには $\text{SiC}\text{O}_4$ などのガラス原料ガス、 $\text{O}_2$ ガス、 $\text{Ar}$ ガスおよびフッ化物ガスが供給される。このフッ化物ガスは、 $\text{BF}_3$ 、 $\text{CF}_4$ 、 $\text{SiF}_4$ 、 $\text{PF}_4$ 、 $\text{AlF}_4$ 、 $\text{SF}_6$ などの非金属元素のフッ化物で、常温付近でガス状態となつているものであり、特に $\text{CF}_4$ 、 $\text{SF}_6$ が好ましい。バーナ4に供給された上記ガスは、プラズマ中に気相化学反応を受け、 $\text{Si}-\text{F}$ 結合を有するガラス微粒子となり、コアとなる多孔質ガラスプリフォーム3上に付着、堆積し、クラッドの内側部分となる多孔質ガラスプリフォーム5となる。この際、バーナ4からは、 $1万\sim2万^{\circ}\text{K}$ の超高温のプラズマジェットが放射されるので、バーナ4は先に形成されたコアとなる多孔質プリ

フォーム3から十分離して設置され、1200～1500℃程度にまで冷却したガラス微粒子が付属、堆積するように留意される。

ここで、第2のバーナ4にプラズマトーチを用いたのは、上述のようにプラズマは1万～2万Kと非常に高溫となるためSiとFとが反応し、Si-F結合を持つガラス微粒子が生成するためである。一般の脱水炭火バーナでは、火炎の温度は約2480℃であるので、Si-F結合が生じず、フッ化物ガスから分解したFがSiO<sub>2</sub>に単に付着した状態となっており、このようなガラス微粒子を堆積した多孔質プリフォームを脱水あるいは透明ガラス化するとき、その高溫雰囲気でFが揮散してしまい、十分に屈折率を下げることができなくなるとともに屈折率が外側部分と内側部分で変化し、平坦なステップ状にならなくなる。一方、Si-F結合を有するガラス微粒子を堆積して形成した多孔質プリフォームは、SiとFとが強固に結合しているので、脱水、透明ガラス化の際にFが揮散することがなく、これら以後工程を経て

も屈折率の変化のないガラス母材が得られる。

このようにして、第2のバーナ4によって、クラッドの内側部分となる多孔質プリフォーム5が形成されたならば、第2のバーナ4の上方に設けられた第3のバーナ6が燃焼し、クラッドの外側部分となる多孔質プリフォーム7が形成される。第3のバーナ6は、多管構造の取水素炎バーナで、SiC<sub>6</sub>ガス、H<sub>2</sub>ガス、O<sub>2</sub>ガス、Arガス等が供給され、火炎中でSiO<sub>2</sub>のみからなるガラス微粒子が生成される。このガラス微粒子は先に形成されたクラッドの内側部分となる多孔質プリフォーム5上に付着、堆積し、クラッドの外側部分となる多孔質プリフォーム7となる。

このようにして得られた三層構造の多孔質プリフォームは、必要に応じて塩素ガスによる脱水処理を受けたのち、加熱されて透明ガラス化されて、光ファイバ母材とされる。この透明ガラス化の際に、コアとなる多孔質プリフォーム3には高融点酸化物が含まれているので、加熱温度は1600～1700℃程度とされる。

ついで、透明ガラス化された光ファイバ母材は、必要に応じて石英ガラス管にジャケットされたのち、常法によつて宿縫紡糸され、目的とするディプレスクラッド構造のシングルモード光ファイバとされる。この宿縫紡糸に当つては、高融点酸化物が含まれているので、宿縫温度を1600～1700℃以上と高くし、かつ高速紡糸を行つて、光ファイバを急冷し、高融点酸化物の再結晶化を防ぐことが必要である。

このような光ファイバ母材の製法によれば、コアとなる多孔質プリフォーム3のドーパントにAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、ZrO<sub>2</sub>などの高融点酸化物を用いたので、後工程での加熱の際にドーパントが反応したり、揮散したりすることなく、均一な屈折率を持つものとなる。また、クラッドの内側部分となる多孔質プリフォーム5には、プラズマトーチを利用してSi-F結合を有するガラス微粒子を堆積したので、やはり後工程での加熱の際にFが反応したり揮散したりすることなく、効果的に屈折率が低下させられ（ディプレスト）、しかも平

坦となる。よつて、この光ファイバ母材から得られる光ファイバは、第1図に示すような理想的な屈折率分布を持つディプレストクラッド構造のシングルモード光ファイバとなる。

以下、実施例を示して具体的に説明する。

#### [実施例]

第3図に示す製造装置を用いて、光ファイバ母材を製造した。

第1のバーナ1にSiC<sub>6</sub> 120cc/分、ZrC<sub>6</sub> 20.0cc/分、H<sub>2</sub> 4.0 g/分、O<sub>2</sub> 10.0 g/分、Ar 1.5 g/分を送給し、棒状基材2の先端に直径1.2mmのコアとなる多孔質プリフォーム3を90mm/時間の生長速度で生長させた。

第2のバーナ4として石英管の外周に径3.0mmの高周波コイル4bを巻き回したものを使い、このコイル4bに周波数13.5MHz出力30kWの高周波電力を供給し、プラズマジェットを発生した。石英管の基部にはSiC<sub>6</sub> 1000cc/分、Ar 4.0 g/分、O<sub>2</sub> 5.0 g/分、CF<sub>4</sub> 20cc/分をそれぞれ同時に供給し、ガラス微粒子を生成

質ブリフォームが汚染される恐れが生じることがあるので注意を要する。

以上説明したように、この発明の光ファイバ母材の製法は、VAD 法により、コアとなる多孔質ブリフォームを酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム等の高融点酸化物をドープした酸化ケイ素で形成し、クラッドの内側部分となる多孔質ブリフォームをプラズマジェットを利用してフッ素をドープした酸化ケイ素で形成し、クラッドの外側部分となる多孔質ブリフォームを酸化ケイ素のみで形成し、ついで透明カラス化するものである。よって、この多孔質ブリフォームを脱水処理や透明ガラス化などの他の高融点酸化物に曝さらしても、コアおよびクラッドとなるブリフォームのそれぞれのドーパントが他のガラス成分と反応したりあるいは揮散したりすることなく、屈折率の変動を来すことがない。したがつて、この光ファイバ母材より得られた光ファイバは、例えば第 1 図に示すような強起的なディプレストクラッド構造を有するシングルモード光ファイバとなる。また、

し、外径 6.0 mm のクラッドの内側部分となる多孔質ブリフォーム 5 を形成した。第 2 のバーナ 4 とブリフォーム 5 との距離は 18.0 mm とした。

ついで第 3 のバーナ 6 に、 SiC<sub>64</sub>I 8.00 cc / 分、 H<sub>2</sub> 5.5 g / 分、 O<sub>2</sub> 8.6 / 分、 Ar 2.0 g / 分をそれぞれ供給し、 SiO<sub>2</sub> のみからなるクラッドの外側部分となる多孔質ブリフォーム 7 を形成する。仕上り外径は 9.0 mm とした。

得られた三層構造の多孔質ブリフォームを 1680°C で加熱し、透明ガラス化したのち、引出し、石英パイプ内に封入し、光ファイバ母材とした。この光ファイバ母材を溶融紡糸して得られた光ファイバの屈折率分布は、第 4 図に示すようにほぼ完全なディプレストクラッド構造であり、この光ファイバは通常のシングルモード光ファイバに比べ、屈曲特性にすぐれ、伝送損失も安定であった。

なお、第 2 のバーナ 4 は、高周波プラズマトーチに限らず、非移動式の直流プラズマトーチなどを使用してもよいが、電極との反応が生じて多孔

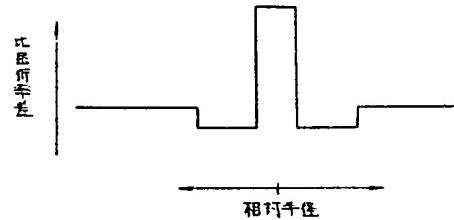
シングルモード光ファイバに限らず、一般のマルチモードのステップインデックス型の光ファイバを得ることもでき、特にキレのよい屈折率分布を持つものが得られる。

#### 4. 図面の簡単な説明

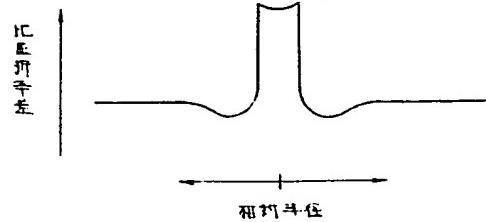
第 1 図は、理想的なディプレストクラッド構造のシングルモード光ファイバの屈折率分布を示すグラフ、第 2 国は従来の VAD 法によつて得られたディプレストクラッド構造のシングルモード光ファイバの屈折率分布を示すグラフ、第 3 国はこの発明の製法に好適に用いられる製造装置の例を示す概略斜視図、第 4 国はこの発明の実施例で得られた光ファイバの屈折率分布を示すグラフである。

1 …… 第 1 のバーナ、 2 …… 電極基材、 3 …… コアとなる多孔質ブリフォーム、 4 …… 第 2 のバーナ、 5 …… クラッドの内側部分となる多孔質ブリフォーム、 6 …… 第 3 のバーナ、 7 …… クラッドの外側部分となる多孔質ブリフォーム。

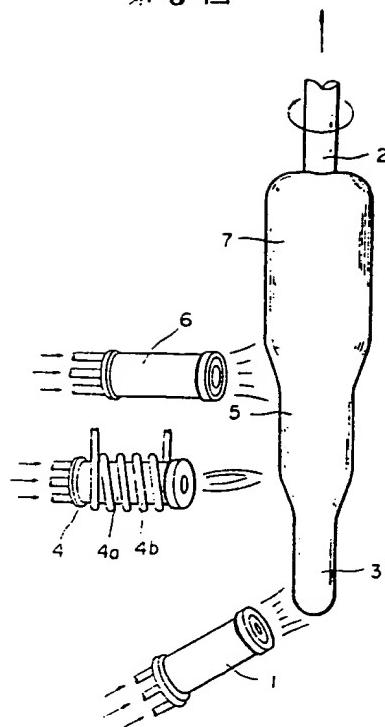
第 1 図



第 2 国



第3図



第4図

